

**Sedimen – Bagian 2: Cara uji merkuri (Hg)
secara uap dingin (*cold vapour*)
dengan *Mercury Analyzer***



Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Cara uji	2
4.1 Prinsip	2
4.2 Bahan	2
4.3 Peralatan	2
4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji	3
4.5 Persiapan pengujian	3
4.6 Prosedur	4
4.7 Pengukuran kadar merkuri, Hg dengan <i>Mercury Analyzer</i>	4
4.8 Perhitungan	5
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu	6
5.1 Jaminan mutu	6
5.2 Pengendalian mutu	6
6 Rekomendasi	6
Lampiran A Presisi dan akurasi	7
Lampiran B Pelaporan	8
Bibliografi	9

Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan tanah maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan tanah.

SNI tentang *Sedimen – Bagian 2: Cara uji merkuri (Hg) secara uap dingin (cold vapour) dengan Mercury Analyzer* ini disusun dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode. Selanjutnya hasil dari validasi metode ini dikaji bersama dengan para *stakeholders* yang berperan sebagai Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Air dan Gugus Kerja Kualitas Tanah pada Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan*.

Standar ini telah dikonsensuskan pada tanggal 17 Oktober 2003 di Jakarta. Rapat konsensus dihadiri oleh wakil dari perguruan tinggi, konsumen, produsen dan instansi terkait baik pusat maupun daerah.



Sedimen – Bagian 2: Cara uji merkuri (Hg) secara uap dingin (*cold vapour*) dengan *Mercury Analyzer*

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan merkuri, Hg dalam sedimen secara uap dingin (*cold vapour*) dengan *Mercury Analyzer* pada kadar terendah 5,0 ng/g.

2 Acuan normatif

United State Environmental Protection Agency (USEPA), SOP#:2016, 1994.

3 Istilah dan definisi

3.1

larutan induk

larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

3.2

larutan induk merkuri, Hg

larutan induk yang mempunyai kadar merkuri, Hg 1000 µg/ml

3.3

larutan baku

larutan induk yang diencerkan dengan air suling bebas merkuri dan asam nitrat, HNO₃ pekat yang mempunyai kadar merkuri, Hg 100 µg/ml; 10 µg/ml; dan 1 µg/ml

3.4

larutan kerja

larutan baku yang diencerkan dengan air suling bebas merkuri dan asam nitrat, HNO₃ pekat yang digunakan untuk membuat kurva kalibrasi sehingga mempunyai kadar merkuri, Hg 0 ng/ml; 20 ng/ml; 40 ng/ml ; 60 ng/ml ; 80 ng/ml; dan 100 ng/ml

3.5

larutan blanko atau air suling bebas merkuri

air suling yang tidak mengandung merkuri atau mengandung merkuri dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

3.6

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

3.7

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3.8

Certified Reference Material (CRM)

bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3.9

mercury analyzer

alat untuk mengukur merkuri yang terdiri dari detektor, pendingin dan pencatat tinggi puncak sebagai hasil dari respon kadar merkuri yang terukur (*recorder*). Sebagai penangkap uap air yang terbentuk selama proses pengukuran digunakan sodium hidroksida, NaOH 5 N.

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Senyawa merkuri dalam contoh* uji sedimen dioksidasi menjadi ion merkuri oleh oksidator kuat dalam suasana asam. Ion merkuri (Hg^{2+}) kemudian direduksi menjadi atom merkuri oleh SnCl_2 . Atom merkuri yang terbentuk kemudian diukur absorbansinya dengan *Mercury Analyzer*.

4.2 Bahan

- a) larutan induk merkuri, Hg 1000 $\mu\text{g/ml}$;
- b) asam sulfat p.a, H_2SO_4 pekat p.a;
- c) asam nitrat p.a, HNO_3 pekat p.a;
- d) asam perklorat p.a, HClO_4 pekat p.a;
- e) larutan HNO_3 : HClO_4 (1 : 1);
- f) asam klorida p.a, HCl pekat p.a;
- g) hidroksilamin hidroklorida, $\text{NH}_2\text{OH HCl}$ 10%:
Timbang 10 g hidroksilamin hidroklorida, tambahkan air suling bebas merkuri sampai volume 100 ml.
- h) kalium permanganat, KMnO_4 5%:
Timbang 5 g KMnO_4 , tambahkan air suling bebas merkuri sampai volume 100 ml.
- i) tin klorida, SnCl_2 10%:
Timbang 10 g SnCl_2 , larutkan dalam 20 ml HCl pekat kemudian tambahkan air suling bebas merkuri sampai volume 100 ml.
- j) air suling bebas merkuri:
- Masukkan ± 1 g KMnO_4 ke dalam 1000 ml air suling.
- Destilasi dan tampung ke dalam botol gelas bebas merkuri. Air suling ini siap digunakan untuk pengujian.
- k) batu didih; dan
- l) sodium hidroksida, NaOH 5 N.
Timbang 20 g sodium hidroksida, tambahkan air suling bebas merkuri sampai volume 100 ml.

4.3 Peralatan

- a) *Mercury Analyzer*;
- b) labu ukur 50 ml yang tahan terhadap suhu $>300^\circ\text{C}^*)$;
- c) labu ukur 100 ml dan 1000 ml;

* labu yang digunakan adalah khusus untuk analisis merkuri, Hg dan volumenya tidak berubah setelah pemanasan 300°C .

- d) pipet volumetrik 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; dan 10 ml;
- e) gelas piala 100 ml;
- f) penangas listrik (*hot plate*);
- g) timbangan analitik dengan ketelitian sampai dengan 0,0001 g;
- h) oven;
- i) cawan porselen;
- j) botol gelas gelap borosilikat;
- k) mortar dan alu;
- l) batang pengaduk;
- m) *spatula*;
- n) alat destilasi.

CATATAN Semua peralatan gelas yang akan digunakan harus direndam dengan deterjen bebas fosfat, kemudian bilas dengan air suling. Selanjutnya dicuci dengan KMnO_4 5% dan dibilas dengan hidroksilamin hidroklorida 10%. Kemudian dibilas kembali dengan air suling bebas merkuri. Biarkan peralatan gelas sampai kering dan siap untuk digunakan.

4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

Siapkan contoh uji dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai dengan metode *Sediment Sampling* USEPA-600 (SOP#: 2016);
- b) Buang benda-benda asing seperti potongan plastik, daun atau bahan lain yang bukan merupakan contoh uji;
- c) Kering udarkan contoh uji pada suhu ruang;
- d) Gerus contoh uji dan dihomogenkan;
- e) Simpan contoh uji ke dalam botol gelas gelap borosilikat yang bebas merkuri.

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Pembuatan larutan baku merkuri, Hg 100 $\mu\text{g/ml}$

- a) Pipet 10 ml larutan induk merkuri 1000 $\mu\text{g/ml}$ ke dalam labu ukur 100 ml.
- b) Tambahkan 1 ml larutan asam nitrat, HNO_3 pekat.
- c) Tambahkan air suling bebas merkuri sampai tepat pada tanda tera.

4.5.2 Pembuatan larutan baku merkuri, Hg 10 $\mu\text{g/ml}$

- a) Pipet 10 ml larutan baku merkuri 100 $\mu\text{g/ml}$ ke dalam labu ukur 100 ml.
- b) Tambahkan 1 ml larutan asam nitrat, HNO_3 pekat.
- c) Tambahkan air suling bebas merkuri sampai tepat pada tanda tera

4.5.3 Pembuatan larutan baku merkuri, Hg 1 $\mu\text{g/ml}$

- a) Pipet 10 ml larutan baku merkuri 10 $\mu\text{g/ml}$ ke dalam labu ukur 100 ml.
- b) Tambahkan 1 ml larutan asam nitrat, HNO_3 pekat.
- c) Tambahkan air suling bebas merkuri sampai tepat pada tanda tera.

4.5.4 Pembuatan larutan kerja dengan konsentrasi 0 ng/ml; 20 ng/ml; 40 ng/ml; 60 ng/ml; 80 ng/ml dan 100 ng/ml

- Pipet 0,0 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; dan 5,0 ml larutan baku merkuri, Hg 1 µg/ml ke dalam 6 labu ukur 50,0 ml^{*)}.
- Tambahkan 2 ml larutan HNO₃ : HClO₄ (1 : 1) ke dalam masing-masing labu ukur.
- Tambahkan 5 ml H₂SO₄ ke dalam masing-masing labu ukur.
- Tambahkan 1 ml air suling bebas merkuri ke dalam masing-masing labu ukur.
- Tambahkan batu didih secukupnya ke dalam masing-masing labu ukur.
- Panaskan di atas penangas listrik pada suhu 250°C selama 20 menit.
- Dinginkan, tepatkan dengan air suling bebas merkuri sampai tanda tera.

4.6 Prosedur

4.6.1 Penentuan kadar merkuri, Hg

- Siapkan labu ukur 50 ml^{*)};
- Timbang ± 0,5 g contoh uji, masukkan ke dalam labu ukur;
- Lakukan langkah 4.5.4 b) sampai dengan g);
- Untuk penentuan ketepatan (akurasi) dengan cara *spike matrix* dilakukan dengan cara sebagai berikut:
 - Siapkan labu ukur 50 ml^{*)};
 - Timbang ± 0,5 g contoh uji ke dalam labu ukur;
 - Tambahkan 1,0 ml larutan baku merkuri 1 µg/ml ke dalam masing-masing labu ukur;
 - Lakukan langkah pada butir 4.5.4 b) sampai dengan g).
- Untuk analisis blanko lakukan sebagai berikut:
 - Pipet 5 ml air suling bebas merkuri;
 - Lakukan langkah pada butir 4.5.4 b) sampai dengan g).

4.6.2 Penentuan kadar air

- Timbang dan catat berat cawan porselin yang akan digunakan;
- Masukkan contoh uji ke dalam cawan porselin yang telah ditimbang sebanyak ± 5 g;
- Panaskan contoh uji pada oven dengan suhu 105°C selama 2 jam;
- Timbang dan catat berat cawan;
- Ulangi langkah pada butir 4.6.2 c) sampai dengan d) minimal 3 (tiga) kali atau sampai mencapai berat konstan.

4.7 Pengukuran kadar merkuri, Hg dengan Mercury Analyzer

4.7.1 Pengukuran kurva kalibrasi

- Atur *Mercury Analyzer* dan optimalkan untuk pengujian merkuri sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;
- Masukkan 5 ml larutan kerja 0,0 ng/ml ke dalam *Mercury Analyzer*;
- Tambahkan 5 ml air suling bebas merkuri dan 1 ml larutan SnCl₂;
- Ukur serapannya dengan alat *Mercury Analyzer* dan catat tinggi puncak;

- e) Lakukan langkah pada butir 4.7.1 b) sampai dengan d) untuk masing-masing larutan kerja;
- f) Buat kurva kalibrasi dari data diatas atau tentukan persamaan garis lurusnya.

4.7.2 Pengukuran kadar merkuri, Hg

- a) Optimalkan alat *Mercury Analyzer* sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;
- b) Masukkan 5 ml contoh uji yang didapat dari langkah 4.6.1 dalam tabung yang berada pada alat *Mercury Analyzer*;
- c) Tambahkan 5 ml air suling bebas merkuri dan 1 ml larutan SnCl_2 ;
- d) Ukur serapannya dengan alat *Mercury Analyzer* dan catat tinggi puncak;
- e) Apabila perbedaan hasil pengukuran secara duplo lebih dari 20% periksa kondisi alat dan ulangi langkah 4.7.2 b) sampai dengan d);
- f) Apabila perbedaannya kurang dari 20%, rata-ratakan hasilnya.

4.8 Perhitungan

4.8.1 Kadar merkuri

- a) Tentukan kadar merkuri dengan cara memplotkan hasil pengukuran merkuri, Hg pada kurva kalibrasi.
- b) Hitung kadar merkuri dengan perhitungan sebagai berikut:

b.1 untuk perhitungan dalam berat kering contoh uji:

$$Hg = \frac{CxV_{xfp}}{B(1 - Ka / 100)}$$

b.2 untuk perhitungan dalam berat basah contoh uji:

$$Hg = \frac{CxV}{B}$$

dengan pengertian::

Hg adalah kadar merkuri dalam sedimen (ng/g);

C adalah kadar merkuri yang diperoleh dari kurva kalibrasi (ng/ml);

V adalah volume akhir (ml) ;

B adalah berat awal contoh uji (g);

Ka adalah kadar air (%);

fp adalah faktor pengenceran (bila tidak dilakukan pengenceran, maka fp = 1).

4.8.2 Kadar air

$$Ka = \frac{Csb - Cst}{Csb} \times 100\%$$

dengan pengertian :

Ka adalah kadar air (%);

Csb adalah berat contoh uji sebelum dipanaskan (kering udara) (g);

Cst adalah berat contoh uji setelah dipanaskan (berat kering) (g).

4.8.3 Persen temu balik

$$R = \frac{H_{gs} - H_g}{S} \times 100\%$$

dengan pengertian:

R adalah persen temu balik (%);

H_{gs} adalah kadar contoh uji yang di *spike* (ng/g);

H_g adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* (ng/g);

S adalah kadar standar yang diperoleh (*target value*) (ng/g).

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

- Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a).
- Gunakan *Mercury Analyzer* yang terkalibrasi (terverifikasi).
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

5.2 Pengendalian mutu

- Linearitas kurva kalibrasi (r^2) harus $\geq 0,99$.
- Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar merkuri dalam larutan blanko harus lebih rendah dari batas deteksi.
- Lakukan preparasi triplo untuk kontrol ketelitian analis. Perbedaan hasil analisis triplo adalah $\leq 20\%$.

6 Rekomendasi

Kontrol akurasi

Lakukan minimal satu cara dari beberapa cara di bawah ini:

- Lakukan analisis *certified reference material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
- Kisaran persen temu balik adalah 80% sampai dengan 120% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- Lakukan analisis *spike matrix*. Kisaran persen temu balik adalah 80% sampai dengan 120%.
- Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.

Lampiran A
(informatif)
Presisi dan akurasi

Validasi metode cara uji merkuri, Hg dalam sedimen telah dilakukan oleh 5 (lima) orang analis yang berbeda dan waktu berbeda, memberikan simpangan baku (standar deviasi) antara 3 sampai dengan 12.

Uji temu balik dilakukan terhadap contoh uji sedimen yang ditambahkan larutan baku merkuri dengan kadar 1 µg/ml memberikan nilai persen temu balik sebesar 90% sampai dengan 103%.



Lampiran B
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis dan tanda tangan.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Batas deteksi.
- 8) Perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran triplo.
- 10) Hasil pengukuran blanko.
- 11) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau CRM.
- 12) Kadar merkuri dalam contoh uji.



Bibliografi

Akagi, H. *Workshop on Preventive Measures for Environmental Mercury Pollution and Its Health Effects*, Japan Public Health Association, 2001.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id